

[First Hit](#)[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#) [Generate Collection](#)

L16: Entry 34 of 50

File: DWPI

Oct 17, 1991

DERWENT-ACC-NO: 1991-311651

DERWENT-WEEK: 199143

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Mfr. of small metal particles - comprises dropping drops of melt through cooling liq. of heat-stable oil to solidify

INVENTOR: KADESCH, K; RUTHARDT, R

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE	CODE
HERAEUS GMBH W C	HERA



PRIORITY-DATA: 1990DE-4012197 (April 14, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> DE 4012197 A	October 17, 1991		000	
<input type="checkbox"/> DE 4012197 C2	August 18, 1994		005	B22F009/06
<input type="checkbox"/> WO 9116160 A	October 31, 1991		000	

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
DE 4012197A	April 14, 1990	1990DE-4012197	
DE 4012197C2	April 14, 1990	1990DE-4012197	

INT-CL (IPC): B22F 1/00; B22F 9/06; B23K 35/30; C22C 1/04

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4012197A

BASIC-ABSTRACT:

Mfr. of metal particles comprises allowing a metal melt to fall dropwise from a melting crucible through a current of cooling liq.. The product is in the form of small spheres of at least 50 micro m dia. and of a very narrow particle size distribution. The method relies heavily on the appts. and control of conditions in which molten metal flows through a narrow orifice then into a stream of cooling fluid (heat stable oil) whose temp. is adjusted so that the molten metal spheres solidify on the surface.

USE/ADVANTAGE - Useful in pelletising solder or Au/Sn alloys is an economic and efficient method.

In an example, an Sn/Au alloy (20% wt.Sn) was melted in a crucible (1) by an electric-dip heater (7) to a temp. of 340 deg. C. The liq. in the region (4) which acts as a heat carrier is flowing continuously via circuit (5) from room temp. and develops a temp. gradient in the area below the nozzle capillary (2), aided by the cooling coil (9). The force of gravity and about 150mb pressure forces out the metal in a stream of molten drops (13), these harden on the surface then fall to the bottom of the container where they solidify fully. Below the base of the container the solid spheres (10) accumulate and are removed into a sluice device (8) which is emptied from time to time into a sphere reservoir (11). The alloy spheres produced ranged from 485-515 micro m in dia. @ (5pp) @es

ABSTRACTED-PUB-NO:

DE 4012197C

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

Particulate metals are mfd. by melting the metal in a crucible (1) with a capillary (2) in the base, from which metal is introduced dropwise into a vessel (3) contg. a liq. with high density and large heat capacity, stable at metal m.pt. Pref. an oil is used. Liquid enters (5) at the base of the vessel and leaves (6) at the top, flowing against the falling direction of the droplets, so that they solidify at least at the surface while falling crucible and vessel are pref. of glass.

ADVANTAGE - Spherical particles are produced with a narrow side distribution and diameters more than 50mm.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/1

TITLE-TERMS: MANUFACTURE METAL PARTICLE COMPRIZE DROP DROP MELT THROUGH COOLING LIQUID HEAT STABILISED OIL SOLIDIFICATION

DERWENT-CLASS: M22 M26 P53 P55

CPI-CODES: M22-H01;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1991-134967

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1991-238828

[Previous Doc](#) [Next Doc](#) [Go to Doc#](#)



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift

⑯ DE 40 12 197 A 1

⑯ Int. Cl. 5:

B 22 F 9/06

DE 40 12 197 A 1

DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Aktenzeichen: P 40 12 197.6
⑯ Anmeldetag: 14. 4. 90
⑯ Offenlegungstag: 17. 10. 91

⑯ Anmelder:

W.C. Heraeus GmbH, 6450 Hanau, DE

⑯ Erfinder:

Kadesch, Klaus, 6467 Hasselroth, DE; Ruthardt, Rolf, Dr., 6450 Hanau, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Verfahren zur Herstellung teilchenförmigen Metalls, Anordnung zur Durchführung des Verfahrens und dessen Anwendung

⑯ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von teilchenförmigem Metall, bei dem Metallschmelze aus einem Schmelziegel tropfenweise in einen Flüssigkeitsstrom eingeleitet wird, in dem die Metallschmelztröpfchen abgekühlt werden sowie eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens und dessen Anwendung. Die Aufgabe, ein kostengünstiges Verfahren zu entwickeln, mit dem es gelingt, Metalle in kugelige Teilchen mit enger Teilchengröße-Verteilung und Durchmessern von mehr als 50 µm zu verformen und dafür eine einfache und raumsparende Vorrichtung zur Verfügung zu stellen, wird dadurch gelöst, daß der Flüssigkeitsstrom entgegen der Fallrichtung der Metallschmelztröpfchen geleitet wird und der Abstand zwischen dem Auslauf der Metallschmelztröpfchen aus dem Schmelziegel und einer Erstarrungszone, in der die Metallschmelztröpfchen wenigstens an ihrer Oberfläche erstarren, möglichst klein gehalten wird.

DE 40 12 197 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von teilchenförmigem Metall, bei dem Metallschmelze aus einem Schmelzriegel tropfenweise in einen Flüssigkeitsstrom eingeleitet wird, in dem die Metallschmelzetroppen abgekühlt werden, eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens und dessen Anwendung.

Ein derartiges Verfahren und eine Vorrichtung für dessen Durchführung ist aus der US-PS 45 59 187 bekannt. Bei dem bekannten Verfahren wird die Metallschmelze in einen Flüssigkeitsstrom eingeleitet, dessen Strömungsgeschwindigkeit so ausgelegt ist, daß aus einer annähernd parallel zum Flüssigkeitsstrom angeordneten Düse in Fließrichtung austretende Schmelze in möglichst feine Schmelzetroppen zerteilt wird. Die Schmelzetroppen erstarren entweder ohne Einwirkung verformender Kräfte im Flüssigkeitsstrom oder sie werden vor der Erstarrung an einer quer zum Flüssigkeitsstrom angeordneten Prallfläche weiter zerkleinert. Im letzteren Fall entstehen Bruchstücke von Metallteilchen unterschiedlicher Form und Größe.

Die Erfindung hat sich als Aufgabe gestellt, ein kostengünstiges Verfahren zu entwickeln, mit dem es gelingt, Metallschmelze in kugelige Teilchen mit enger Teilchengrößenverteilung und Durchmessern von mehr als 50 µm zu verformen und dafür eine einfache und raumsparende Vorrichtung zur Verfügung zu stellen.

Erfnungsgemäß wird diese Aufgabe bei dem eingangs angegebenen Verfahren dadurch gelöst, daß der Flüssigkeitsstrom entgegen der Fallrichtung der Metallschmelzetroppen geleitet wird und der Abstand zwischen dem Auslauf der Metallschmelzetroppen aus dem Schmelzriegel und einer Erstarrungszone, in der die Metallschmelzetroppen wenigstens an ihrer Oberfläche erstarrn, möglichst klein gehalten wird.

Durch die Einleitung der Metallschmelzetroppen entgegen der Strömungsrichtung der Flüssigkeit erreicht man nämlich folgendes:

- a) eine verminderte Absinkgeschwindigkeit der Metallschmelzetroppen
- b) eine verminderte Abkühlgeschwindigkeit der Metallschmelzetroppen im Bereich des Auslaufs und eine beschleunigte Abkühlgeschwindigkeit im Bereich der Erstarrungszone (Gegenstromkühlung).

Dadurch ist es möglich, den Abstand zwischen dem Auslauf der Metallschmelze aus dem Schmelzriegel und der Zone, in der die Tropfen zumindest an der Oberfläche erstarrt sind, kurz zu halten und die Ausbildung einer exakten Kugelform aufgrund der Oberflächenspannung zwischen Flüssigkeit und Metallschmelze zu erleichtern.

Zur Verstärkung der Gegenstromkühlung hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die Flüssigkeit im Bereich des Auslaufs der Metallschmelze mittels einer Heizvorrichtung auf eine Temperatur aufzuheizen, die mindestens der Schmelztemperatur des Metalls entspricht, so daß dadurch gleichzeitig eine Erstarrung der Metallschmelze im Auslauf verhindert wird.

Um einen geeigneten Temperaturgradienten innerhalb der Flüssigkeitssäule zu erhalten, wird die Flüssigkeit unterhalb der Erstarrungszone über einen Flüssigkeitszulauf kontinuierlich zugeführt und oberhalb des Auslaufs der Metallschmelze aus dem Schmelzriegel über einen Flüssigkeitsablauf kontinuierlich abgeführt.

Dabei ist es zweckmäßig, die über den Flüssigkeitsablauf abgeführte Flüssigkeit über ein Kühlaggregat dem Flüssigkeitszulauf wieder zuzuführen.

Im Sinne eines raschen Wärmeaustausches und einer langsamen Absinkgeschwindigkeit ist es günstig, eine temperaturstabile Flüssigkeit mit hoher Dichte und/oder mit hoher Wärmekapazität auszuwählen.

Für Metalle oder Metalllegierungen mit einem Schmelzpunkt unter 400°C haben sich temperaturstabile Öle als Kühlflüssigkeit bewährt.

Zur Verbesserung der Teilchengrößenhomogenität wird die Metallschmelze im Schmelzriegel mit einem Überdruck beaufschlagt.

Zur Aufrechterhaltung einer geeigneten Temperaturverteilung in der Flüssigkeit ist es zweckmäßig, daß ein den Flüssigkeitsstrom aufnehmender Behälter unterhalb des Auslaufs der Metallschmelzetroppen aus dem Schmelzriegel gekühlt wird.

Die Größe der Metallkugelchen, die nach diesem Verfahren hergestellt werden, wird durch die Öffnungsweite des Auslaufs, die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit sowie dem Überdruck auf die Metallschmelze im Schmelzriegel bestimmt. Bei einer Öffnungsweite des Auslaufs zwischen 0,03 und 3 mm, einer Strömungsgeschwindigkeit zwischen 0,5 und 5 cm/min. sowie einem Überdruck zwischen 40 mbar und 4 bar sind Metallkugelchen mit einer Größe von 0,05 bis 5 mm herstellbar.

Zur Durchführung des Verfahrens hat sich eine Anordnung bewährt, die erfungsgemäß dadurch gekennzeichnet ist, daß der Abstand zwischen Bodenauslauf und der Erstarrungszone möglichst klein gehalten ist, und daß unterhalb der Erstarrungszone ein Flüssigkeitszulauf und oberhalb des Bodenauslaufs ein Flüssigkeitsablauf angeordnet ist.

Um die Ausbildung der Kugelform der aus dem Bodenauslauf austretenden Tropfen zu erleichtern, ist es zweckmäßig, daß zumindest der Bodenauslauf des Schmelzriegels innerhalb eines, den Flüssigkeitsstrom aufnehmenden Behälters angeordnet ist, und daß der Bodenauslauf und die Längsachse des Behälters so zueinander angeordnet sind, daß die aus dem Bodenauslauf austretenden Metallschmelzetroppen erstarrn, ehe sie eine Begrenzungsfäche des Behälters berühren. Um die Zerteilung der Schmelze in Tropfen zu erreichen, ist die Öffnung des Bodenauslaufs als Kapillare ausgebildet.

Zweckmäßigerweise ist die Kapillare auswechselbar in den Schmelzriegelboden eingesetzt.

Zur Entnahme der kugelförmigen Teilchen ist am Boden des Behälters eine Schleusenvorrichtung angegeschlossen, die einen kontinuierlichen Betrieb der Anordnung erlaubt.

Zum Beobachten des Schmelzstandes oder des Verhaltens der Schmelze hat es sich als vorteilhaft erwiesen, daß der Schmelzriegel und/oder der Behälter zur Aufnahme der Kühlflüssigkeit aus einem temperaturbeständigen Glas besteht. Um eine ausreichend niedrige Viskosität der Schmelze zu gewährleisten, ist es nützlich, wenn zumindest der untere Teil des Schmelzriegels und der Bodenauslauf von einer Heizvorrichtung umschlossen sind. Hierfür hat sich ein innerhalb des Behälters angeordneter elektrischer Tauchsieder bewährt.

Hinsichtlich der Anwendung ist dieses Verfahren besonders für die Herstellung von Lotkugelchen mit einem Durchmesser von 0,1 bis 1 mm geeignet. Insbesondere sind damit Lotkugelchen aus einer Gold-Zinn-Legierung mit einem Zinnanteil von 20-Gewichts-% herstellbar.

Anhand einer schematischen Darstellung wird die Durchführung des erfundungsgemäßen Verfahrens sowie die dazu verwendete Anordnung nachfolgend beispielhaft beschrieben.

Der untere Teil eines Schmelzriegels 1 taucht in einen mit Flüssigkeit 4 gefüllten Behälter 3. Der Bodenauslauf des Schmelzriegels 1 besteht aus einer Kapillare 2 mit einem Innendurchmesser von ca. 300 µm. Die Kapillare 2 ist auswechselbar in dem Boden des Schmelzriegels 1 eingesetzt. Der Behälter 3 besitzt einen Zulauf 5 für die Flüssigkeit 4 unterhalb und einen Ablauf 6 oberhalb der Kapillare 2. Sowohl der Schmelzriegel 1 als auch der Behälter 3 bestehen aus einem hochtemperaturbeständigen Glas. An den Behälter 3 ist eine Schleusenvorrichtung 8 angeschlossen. Der Schmelzriegel 1, der Behälter 3 und die Schleusenvorrichtung 8 sind vertikal angeordnet. Im Bereich des Zulaufs 5 für die Flüssigkeit befindet sich eine Kühleinrichtung mit Kühlschlangen 9. Der untere Teil des Schmelzriegels 1 und die Kapillare 2 befinden sich innerhalb der Heizzone eines elektrischen Tauchsieders 7.

Mit der beschriebenen Anordnung werden kugelförmige Teilchen, wie nachstehend beschrieben, hergestellt: Eine Zinn-Gold-Lotlegierung mit einem Zinnanteil von 20-Gewichts-% wird in den Schmelzriegel 1 eingefüllt mit einem geeigneten Flüssigkeitsmittel und Argon abgedeckt und mittels des elektrischen Tauchsieders 7 auf eine Temperatur von ca. 340°C erhitzt. Dabei dient die Flüssigkeit 4 im Bereich des Tauchsieders 7 als Wärmeüberträger. Aufgrund der Aufheizung der Flüssigkeit im Bereich des Schmelzriegels 1 und der kontinuierlichen Zufuhr von Flüssigkeit 4 mit Raumtemperatur über den Zulauf 5, bildet sich ein Temperaturgradient in der Flüssigkeitssäule unterhalb der Kapillare 2 aus, der durch zusätzliche Kühlung des Behälters 3 im Bereich des Zulaufes 5 unterstützt wird. Unter dem Einfluß der Schwerkraft und eines zusätzlichen Stickstoff-Gasdruk-kes von ca. 150 mbar auf die Schmelzoberfläche verläßt ein feiner Strom der Lotschmelze 13 die Kapillare 2 und reißt in feine Metallschmelztröpfchen 12 auf. Da die Flüssigkeit 4 im Bereich der Kapillare 2 eine etwa gleich hohe Temperatur wie die Lotschmelze 13 aufweist, wird sowohl ein "Zufrieren" der Kapillare 2 als auch ein Erstarren der Lotschmelze 13 in Tropfenform verhindert. Während des Absinkens der Metallschmelztröpfchen 12 in kältere Flüssigkeitsschichten, sorgt die Oberflächenspannung der Lotschmelze 13 gegenüber der Flüssigkeit 4 für die Ausbildung einer Kugelform der Metallschmelztröpfchen 12. Die zu Lotkugelchen 10 erstarrten Metallschmelztröpfchen 12 werden am Boden des Gefäßes 3 gesammelt und von Zeit zu Zeit über die Schleusenvorrichtung 8 in den Sammelbehälter 11 ausgeschleust. Der Durchmesser der Lotkugelchen 10 lag zu ca. 20% innerhalb von 485 – 515 µm.

55

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von teilchenförmigem Metall bei dem Metallschmelze aus einem Schmelzriegel tropfenweise in einen Flüssigkeitsstrom eingeleitet wird, in dem die Metallschmelztröpfchen abgekühlt werden, dadurch gekennzeichnet, zur Herstellung von kugelförmigen Teilchen der Flüssigkeits-Strom entgegen der Fallrichtung der Metallschmelztröpfchen geleitet wird und der Abstand zwischen dem Auslauf der Metallschmelztröpfchen aus dem Schmelzriegel und einer Erstar-

rungszone, in der die Metallschmelztröpfchen wenigstens an ihrer Oberfläche erstarren, möglichst klein gehalten wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit im Bereich des Auslaufes mittels einer Heizvorrichtung auf eine Temperatur, die mindestens der Schmelztemperatur des Metalls entspricht, aufgeheizt wird.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit unterhalb der Erstarrungszone über einen Flüssigkeitszulauf kontinuierlich zugeführt und oberhalb des Auslaufes über einen Flüssigkeitsablauf kontinuierlich abgeführt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die über den Flüssigkeitsablauf abgeführte Flüssigkeit abgekühlt dem Flüssigkeitszulauf wieder zugeführt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, als Flüssigkeit eine solche mit hoher Temperaturbeständigkeit und mit hoher Dichte und/oder mit großer Wärmekapazität gewählt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Flüssigkeit ein temperaturstabiles Öl verwendet wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß während des Austretens der Metallschmelztröpfchen die Metallschmelze im Schmelzriegel mit einem Überdruck beaufschlagt wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Aufrechterhaltung einer geeigneten Temperaturverteilung in der Flüssigkeit zwischen dem Auslauf der Metallschmelztröpfchen aus dem Schmelzriegel und dem Flüssigkeitszulauf, die Flüssigkeit gekühlt wird.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnungsweite des Auslaufs, die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit sowie der Überdruck auf die Metallschmelze im Schmelzriegel so gewählt werden, daß Metallkugelchen mit einer Größe von 0,1 bis 1 mm entstehen.

10. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 9, die einen elektrisch beheizten Schmelzriegel mit Bodenauslauf aufweist, der in einen Flüssigkeitsstrom hineinragt, dadurch gekennzeichnet, daß der Abstand zwischen Bodenauslauf und der Erstarrungszone möglichst klein gehalten ist, daß unterhalb der Erstarrungszone ein Flüssigkeitszulauf und oberhalb des Bodenauslaufs ein Flüssigkeitsablauf angeordnet ist.

11. Anordnung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest der Bodenauslauf des Schmelzriegels innerhalb eines, den Flüssigkeitsstrom aufnehmenden, Behälters angeordnet ist.

12. Anordnung nach den Ansprüchen 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Bodenauslauf und die Längsachse des Behälters so zueinander angeordnet sind, daß die aus dem Bodenauslauf austretenden Metallschmelztröpfchen erstarren, ehe sie eine Begrenzungsfäche des Behälters berühren.

13. Anordnung nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnung des Bodenauslaufs als Kapillare ausgebildet ist.

14. Anordnung nach Anspruch 13, dadurch gekenn-

zeichnet, daß die Kapillare auswechselbar in den Schmelzriegelboden eingesetzt ist.

15. Anordnung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß dem Behälter am Boden eine Schleusenvorrichtung zur Entnahme der kugelförmigen 5 Teilchen angeschlossen ist.

16. Anordnung nach einem der Ansprüche 10 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß der Schmelzriegel aus einem temperaturbeständigen Glas besteht.

17. Anordnung nach den Ansprüchen 11, 12 oder 15 10 dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter aus Glas besteht.

18. Anordnung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, zumindest der untere Teil des Schmelzriegels und 15 der Bodenauslauf von einer Heizvorrichtung umschlossen sind.

19. Anordnung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, die Heizvorrichtung ein innerhalb des Behälters angeordneter elektrischer Tauchsieder ist. 20

20. Anwendung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 9 zur Herstellung von Lotkügelchen mit einem Durchmesser von 0,1 bis 1 mm.

21. Anwendung des Verfahrens nach Anspruch 20 zur Herstellung von Lotkügelchen aus einer Gold-Zinnlegierung, mit einem Zinnanteil von 20 Gewichtsprozent. 25

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

— Leerseite —

